PAT-NO:

JP408199162A

DOCUMENT-IDENTIFIER:

JP 08199162 A

TITLE:

ORGANIC ELECTROLUMINESCENCE ELEMENT

PUBN-DATE:

August 6, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

HOSOKAWA, CHISHIO KAWAMURA, HISAYUKI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

IDEMITSU KOSAN CO LTD

N/A

APPL-NO:

JP07010918

APPL-DATE:

January 26, 1995

INT-CL (IPC): C09K011/06, H05B033/14

## ABSTRACT:

PURPOSE: To produce the subject element having long life to cause

variation of the luminescent color after driving for a long period, exhibiting

high luminescent efficiency and suitable for a display for information industry

equipments, etc., by adding a specific amount of a specific fluorescent dopant

to a recombination area and a light-emitting area.

CONSTITUTION: This organic electroluminescence element is provided with an

organic compound layer having a recombination area to cause the recombination

of holes and electrons and a **light-emitting** area to emit light in

the recombination and a pair of electrodes sandwiching the organic compound

layer. The recombination area or the light-emitting area contains

3/18/06, EAST Version: 2.0.3.0

0.1-8wt.% of

a fluorescent  $\underline{\text{dopant}}$  consisting of a compound of formula I (Ar < SP > 1 < /SP > to

Ar<SP>3</SP> are each a 1-10C alkyl, a 6-30C aryl or a heterocyclic group and

at least one of the groups is a ≥12C condensed polycyclic hydrocarbon group)

or a compound of formula II (Ar<SP>4</SP> to Ar<SP>7</SP> are each a 1-10C

alkyl, a 6-30C aryl or a heterocyclic group; Ar<SP>8</SP> is a 6-30C arylene or

a bivalent heterocyclic group; at least one of Ar<SP>4</SP> to Ar<SP>8</SP> is

a ≥12C condensed polycyclic hydrocarbon group).

COPYRIGHT: (C) 1996, JPO

## (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平8-199162

(43)公開日 平成8年(1996)8月6日

(51) Int.Cl.6

徽別記号 庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

C09K 11/06

Z 9280-4H

H 0 5 B 33/14

審査請求 未請求 請求項の数3 OL (全 25 頁)

(21)出願番号

特願平7-10918

(71)出願人 000183646

(22)出願日

平成7年(1995)1月26日

出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

(72)発明者 細川 地潮

千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産株

式会社内

(72)発明者 川村 久幸

千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産株

式会社内

(74)代理人 弁理士 大谷 保

## (54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子

## (57)【要約】

【目的】 長時間駆動しても発光色の変化が少ないなど、長寿命を有し、かつ高効率の有機エレクトロルミネッセンス素子(有機EL素子)を提供すること。

【構成】 正孔と電子とが再結合する再結合領域及び該 再結合に反応して発光する発光領域を少なくとも有する 有機化合物槽と、この有機化合物層を挟持する一対の電 極とを備えた有機EL素子において、上記再結合領域又 は発光領域の少なくともいずれかに、蛍光性ドーパント として、一般式

【化1】

及び

(式中の各記号は明細書で定義したとおりである。)で

表される化合物の中から選ばれた少なくとも一種類を0. 1~8重量%の割合で含有させた有機EL素子である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 正孔と電子とが再結合する再結合領域及 び該再結合に応答して発光する発光領域を少なくとも有 する有機化合物層と、この有機化合物層を挟持する一対\*

\*の電極とを備えた有機エレクトロルミネッセンス素子に おいて、上記再結合領域及び/又は発光領域に、蛍光性 ドーパントとして、一般式(I)

2

〔式中、Ar<sup>1</sup>, Ar<sup>2</sup>及びAr<sup>3</sup>は、それぞれ炭素数 1~10のアルキル基、炭素数6~30のアリール基又

は複素環式基を示し、それらはたがいに同一でも異なっ※10 【化2】

〔式中、Ar<sup>4</sup>, Ar<sup>5</sup>, Ar<sup>6</sup> 及びAr<sup>7</sup> はそれぞれ 炭素数1~10のアルキル基、炭素数6~30のアリー ル基又は複素環式基を示し、それらはたがいに同一でも 異なっていてもよく、Ar゚ は炭素数6~30のアリー レン基又は二価の複素環式基を示すが、Ar4 ~Ar8 の少なくとも一つは炭素数12以上の縮合多環炭化水素 基である。〕で表される化合物の中から選ばれた少なく とも一種を0.1~8重量%の割合で含有させたことを特 徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項2】 蛍光性ドーパントを発光層に含有させて なる請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素 子。

【請求項3】 素子構成が、陽極/正孔注入層/発光層 /電子注入層/陰極である請求項1記載の有機エレクト ロルミネッセンス素子。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は有機エレクトロルミネッ センス (以下、ELと略記する) 素子に関し、さらに詳 しくは、長時間駆動しても発光色の変化が少ないなど、 長寿命を有し、かつ高効率の有機EL素子に関するもの である。

## [0002]

【従来の技術】電界発光を利用したEL素子は、自己発 光のため視認性が高く、かつ完全固体素子であるため、 耐衝撃性に優れるなどの特徴を有することから、各種表 示装置における発光素子としての利用が注目されてい る。このEL素子には、発光材料に無機化合物を用いて なる無機EL素子と有機化合物を用いてなる有機EL素 子とがあり、このうち、有機EL素子は、印加電圧を大 幅に低くしうるために、次世代の表示素子としてその実 用化研究が積極的になされている。

【0003】ところで、この有機EL素子においては、 長寿命かつ高効率の青色発光素子を開発するため、これ まで青色発光材料に関する研究に力が注がれ、種々の青 色発光材料、例えば高輝度、高効率のジスチリルアリー

※ていてもよいが、その少なくとも一つは炭素数12以上 の縮合多環炭化水素基である。〕及び一般式(II)

★報), 高輝度のキレート系青色発光材料(特開平5-1 98378号公報),高輝度のジアミン系青色発光材料 (特開平6-220437号公報)などが開示されてい る。しかしながら、これらの青色発光材料は、通常陽極 /正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極の構 成で利用され、性能が発揮されていたが、寿命の点では 必ずしも満足しうるものではなく、例えば(1)駆動時 20 間が経過するとともに、色が緑色化し、発光色が変化す

る、(2)初期輝度100cd/m2の時の半減寿命が 1000時間程度と短い (実用上は数千時間以上が要求 される)、などの問題がある。 【0004】他方、本発明における蛍光性ドーパントに

類似した構造を有する化合物を発光層の材料とする素子 が提案されているが (特開平6-220437号公 報)、微量添加された蛍光性ドーパントの機能について は何ら言及していない。また、特開平6-9953号公 30 報及び国際特許公開94-6157号には、発光層に添 加させる電荷注入補助剤であるジスチリルアリーレン系 材料が開示されている。この材料は蛍光性ドーパントと しても働くものであるが、このものを用いた素子の半減 寿命は1000時間程度(初期輝度100cd/m²) と短く、改善が求められていた。

## [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような 従来の有機EL素子がもつ欠点を改良し、長時間駆動し ても発光色の変化が少ないなど、長寿命を有し、かつ高 40 効率の有機EL素子を提供することを目的とするもので ある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、長寿命か つ高効率の有機EL素子を開発すべく鋭意研究を重ねた 結果、素子の正孔と電子との結合領域又は発光領域の少 なくともいずれかに、蛍光性ドーパントとして、特定の 化合物を所定の割合で含有させることにより、その目的 を達成しうることを見出した。本発明は、かかる知見に 基づいて完成したものである。すなわち、本発明は、正 レン系骨色発光材料(特開平2−247278号公 ★50 孔と電子とが再結合する再結合領域及び該再結合に応答

して発光する発光領域を少なくとも有する有機化合物層 と、この有機化合物層を挟持する一対の電極とを備えた 有機エレクトロルミネッセンス素子において、上記再結 合領域及び/又は発光領域に、蛍光性ドーパントとし \*

\*て、一般式(I) [0007] 【化3】  $\cdot \cdot \cdot (1)$ 

【0008】〔式中、Ar<sup>1</sup>, Ar<sup>2</sup>及びAr<sup>3</sup>は、そ れぞれ炭素数1~10のアルキル基、炭素数6~30の アリール基又は複素環式基を示し、それらはたがいに同 10 【0009】 ーでも異なっていてもよいが、その少なくとも一つは炭※

【0010】〔式中, Ar<sup>4</sup> , Ar<sup>5</sup> , Ar<sup>6</sup> 及びAr 7 はそれぞれ炭素数1~10のアルキル基、炭素数6~ 30のアリール基又は複素環式基を示し、それらはたが いに同一でも異なっていてもよく、Ar® は炭素数6~ 30のアリーレン基又は二価の複素環式基を示すが、A r<sup>4</sup> ~Ar<sup>8</sup> の少なくとも一つは炭素数12以上の縮合 20 多環炭化水素基である。〕で表される化合物の中から選★

$$\begin{array}{c|c}
A & r^{-1} & -N & -A & r^{-3} \\
& & & \\
& & A & r^{-2}
\end{array}$$

★ばれた少なくとも一種を0.1~8重量%の割合で含有さ せたことを特徴とする有機EL素子を提供するものであ る。本発明において用いられる蛍光性ドーパントは、一 般式(I)

※素数12以上の縮合多環炭化水素基である。〕及び一般

(II) た

記一般式(I)及び(II)において、Arl ~Ar 7 は、それぞれ炭素数1~10のアルキル基、炭素数6 ~30のアリール基又は複素環式基を示す。ここで、炭 素数1~10のアルキル基の例としては、メチル基、エ チル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル 基、イソブチル基、sec-ブチル基、t-ブチル基な どが挙げられ、炭素数6~30のアリール基の例として は、フェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基などの 非縮合炭化水素基や縮合多環炭化水素基が挙げられる。 該縮合多環炭化水素基としては、好ましくは環を形成す る炭素数が18以下のもの、例えばペンタレニル基、イ ンデニル基、ナフチル基、アズレニル基、ヘプタレニル 基、ビフェニレニル基、asーインダセニル基、フルオ レニル基, s-インダセニル基, アセナフチレニル基, プレイアデニル基、アセナフテニル基、フェナレニル 基、フェナントリル基、アントリル基、フルオランテニ ル基、アセフェナントリレニル基、アセアントリレニル 基、トリフェニレニル基、ピレニル基、クリセニル基、 ナフタセニル基などが挙げられる。

【0014】で表される構造を有する化合物である。上 30◆基, ピリミジル基, ピラジニル基, トリアジニル基, フ ラニル基, ピロリル基, チオフェニル基, キノリル基, クマリニル基、ベンゾフラニル基、ベンズイミダゾリル 基,ベンズオキサゾリル基,ジベンゾフラニル基,ベン ゾチオフェニル基、ジベンゾチオフェニル基、インドリ ル基、カルバゾリル基、ピラゾリル基、イミダゾリル 基、オキサゾリル基、イソオキサゾリル基、チアゾリル 基、インダゾリル基、ベンゾチアゾリル基、ピリダジニ ル基、シンノリル基、キナゾリル基、キノキサリル基、 フタラジニル基,フタラジンジオニル基,フタルアミジ ル基、クロモニル基、ナフトラクタミル基、キノロニル 基, o-スルホ安息香酸イミジル基, マレイン酸イミジ ル基、ナフタリジニル基、ベンズイミダゾロニル基、ベ ンズオキサゾロニル基、ベンゾチアゾロニル基、ベンゾ チアゾチオニル基、キナゾロニル基、キノキサロニル 基、フタラゾニル基、ジオキソピリミジニル基、ピリド ニル基、イソキノロニル基、イソキノリニル基、イソチ アゾリル基、ベンズイソキサゾリル基、ベンズイソチア ゾリル基、インダジロニル基、アクリジニル基、アクリ ドニル基、キナゾリンジオニル基、キノキサリンジオニ 【0015】また、複素環式基の例としては、ピリジル◆50 ル基、ベンゾオキサジンジオニル基、ベンゾキサジノニ

ル基、ナフタルイミジル基などが挙げられる。

【0016】一方、Ar8 は炭素数6~30のアリーレ ン基又は二価の複素環式基を示す。ここで、炭素数6~ 30のアリーレン基又は二価の複素環式基としては、例 えばA r¹ ~A r¹ の説明で例示したアリール基又は複 素環式から、水素原子を1個除いた二価の基を挙げるこ とができる。また、他のアリーレン基として、ジフェニ レンプロパン基、ジフェニレンメタン基などのジアリー レンアルカン基、ジフェニレンシクロヘキサン基、ジフ ェニレンシクロペンタン基などのジアリーレンアルカン 10 基、ジフェニレンエーテル基などのジアリーレンエーテ ル基、ジフェニレンチオエーテル基などのジアリーレン チオエーテル基、N-フェニルジフェニレンアミン基、 N-ナフチルジナフチレンアミン基, N-フェニルカル バゾリレン基などのN-アリールジアリーレンアミン 基、さらにジフェニルチオフェン、ジフェニルビチオフ ェンの2価の基などのジアリールチオフェン又はジアリ ールビチオフェン基なども好ましく挙げることができ る。該Ar1, Ar2 及びAr3 は、たがいに同一でも 異なっていてもよいが、その少なくとも一つは炭素数1 2以上の縮合多環炭化水素基であることが必要である。 またAr<sup>4</sup> , Ar<sup>5</sup> , Ar<sup>6</sup> 及びAr<sup>7</sup> はたがいに同一 でも異なっていてもよいが、Ar<sup>4</sup> ~Ar<sup>8</sup> の少なくと も一つは炭素数12以上の縮合多環炭化水素基であるこ とが必要である。

【0017】 さらに、該Ar<sup>1</sup> ~Ar<sup>8</sup> は適当な置換基 が導入されていてもよく、この置換基としては、例えば (1) ハロゲン原子(F, C1, Br, I), シアノ 基, ニトロ基、(2) アルキル基、(3) アルコキシ 基、(4)アリールオキシ基、(5)アルキル又はアリ ールメルカプト基, (6) - NR<sup>1</sup> R<sup>2</sup> (R<sup>1</sup> 及びR<sup>2</sup> はそれぞれ水素原子、アルキル基又はアリール基を示 し、それらはたがいに同一でも異なっていてもよい。) で表される置換若しくは無置換アミノ基、(7)アルキ レンジオキシ基、アルキレンジチオ基などを挙げること ができる。ここで、(2)のアルキル基としては、炭素 数1~20、特に1~12の直鎖状又は分岐鎖状のもの が好ましく、また、このアルキル基は、さらにハロゲン 原子(F, C1, Br, I), 水酸基, シアノ基, 炭素 数1~12のアルコキシ基、フェニル基又は炭素数1~ 40 12のアルキル基やアルコキシ基で置換されたフェニル 基を含有していてもよい。このようなアルキル基の例と しては、メチル基, エチル基, n-プロピル基, イソプ ロピル基、セーブチル基、Secーブチル基、nーブチ ル基、イソブチル基、トリフルオロメチル基、2-ヒド ロキシエチル基、2-シアノエチル基、2-エトキシエ チル基、2-メトキシエチル基、ベンジル基、4-クロ ロベンジル基、4ーメチルベンジル基、4ーメトキシベ

6

ンジル基、4-フェニルベンジル基などが挙げられる。 【0018】(3)のアルコキシ基(-OR3)として は、R3 として上記(2)で例示したアルキル基を有す るものを挙げることができ、具体的には、メトキシ基、 エトキシ基、n-プロポキシ基、イソプロポキシ基、t ーブトキシ基、nープトキシ基、secーブトキシ基、 イソブトキシ基、2-ヒドロキシエトキシ基、2-シア ノエトキシ基,ベンジルオキシ基,4-メチルベンジル オキシ基、トリフルオロメトキシ基などが挙げられる。 (4)のアリールオキシ基 (-OAr)としては、Ar として無置換又はハロゲン原子(F.C1.Br. I),炭素数1~4のアルキル基若しくはアルコキシ基 などが置換されたフェニル基やナフチル基を有するもの を好ましく挙げることができ、具体的にはフェノキシ 基、1-ナフチルオキシ基、2-ナフチルオキシ基、4 ーメチルフェノキシ基, 4-メトキシフェノキシ基, 4 -クロロフェノキシ基, 6-メチル-2-ナフチルオキ シ基などが挙げられる。また、(5)のアルキル又はア リールメルカプト基 (-SR4) としては、R4 として 20 上記(2)で例示したアルキル基又は(4)で例示した フェニル基やナフチル基などを有するものを挙げること ができ、具体的には、メチルチオ基、エチルチオ基、フ ェニルチオ基、p-メチルフェニルチオ基などが挙げら れる。

【0019】さらに、(6)の-NR<sup>1</sup> R<sup>2</sup> で示される 基としては、R1 及びR2 がそれぞれ水素原子, アルキ ル基又はアリール基であるものが挙げられる。ここで、 アルキル基としては、上記(2)で例示したものを挙げ ることができ、またアリール基としては、無置換又はハ ロゲン原子(F, C1, Br, I), 炭素数1~4のア ルキル基若しくはアルコキシ基などが置換されたフェニ ル基、ビフェニル基、ナフチル基、ピレニル基、アント ラニル基などを挙げることができる。該R1 及びR2 は たがいに同一でも異なっていてもよく、またたがいに結 合して環構造を形成していてもよい。具体的には、アミ ノ基、ジエチルアミノ基、NーメチルーNーフェニルア ミノ基、N、N-ジフェニルアミノ基、N、N-ジー (p-トリル) アミノ基, ジベンジルアミノ基, ピペリ ジノ基、モルホリノ基、ユロリジル基などが挙げられ る。(7)のアルキレンジオキシ基、アルキレンジチオ 基としては、例えばメチレンジオキシ基、メチレンジチ オ基などが挙げられる。

【0020】前記一般式(I), (II)で表される化合物としては、例えば次に示す構造のものを挙げることができる。

[0021]

【化7】

(K-1)

(K - 2)

[0022]

(Me:メチル基)

[0023]

※ ※【化9】

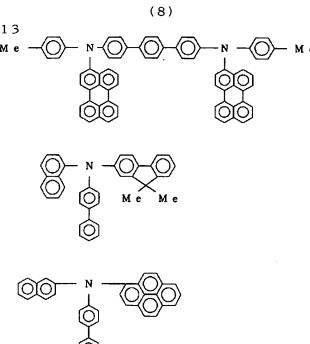
特開平8-199162

(0024) \* \* (化10)

11

$$\bigcirc - \stackrel{\mathsf{N}}{\longrightarrow} - \bigcirc - \stackrel{\mathsf{N}}{\searrow} \stackrel{\circ}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}}\stackrel{\mathsf{C}}{\stackrel{\mathsf{C}}}}\stackrel{\mathsf{C}}}{\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C}}}\stackrel{\mathsf{C}}\stackrel{\mathsf{C$$

[0025]



【0026】 【化12】

[0027] 【化13】

\* 30

【0029】本発明においては、蛍光性ドーパントとし て、これらの化合物を一種用いてもよく、二種以上を組 み合わせて用いてもよい。なお、本発明における蛍光性 ドーパントとは、有機EL素子の再結合領域又は発光領 域において、正孔と電子の再結合に応答して光を発する※50 る。また、発光領域とは、再結合領域で形成された励起

※化合物のことであり、再結合領域又は発光領域を形成す る物質(ホスト材料)に微量含有させるものである。こ こで、再結合領域とは、素子中にあって、正孔と電子と が出会い、結合して励起状態を形成する場所のことであ 状態は、場合によっては移動し、拡散するが、その拡散 する範囲を指定する場所のことである。

【0030】本発明においては、上記蛍光性ドーパント は、再結合領域及び発光領域の少なくともいずれか、即 ち、再結合領域のみに、発光領域のみに、あるいは両領 域に、0.1~8重量%の割合で含有させることが必要で ある。この含有量が0.1重量%未満では蛍光性ドーパン トの効果が充分に発揮されず、本発明の目的が達せられ ない。一方、8重量%を超えると蛍光性ドーパント間の 会合により、消失現象が生じ、充分に効果が発揮されな 10 い場合がある。素子の長寿命化及び高効率化の点から、 蛍光性ドーパントの好ましい含有量は0.3~4重量%の 範囲であり、特に0.8~3重量%の範囲が好適である。 この蛍光性ドーパントを、再結合領域又は発光領域に含 有させる方法については特に制限はないが、例えば再結 合領域又は発光領域を形成する材料(ホスト材料)との 共蒸着法を採用するのが好ましい。この方法において は、ホスト材料と蛍光性ドーパントを、それぞれが収容 された別々のボートから真空蒸着し、再結合領域や発光 領域を形成する。本発明の有機EL素子においては、有 20 機化合物層として、再結合領域及び発光領域を少なくと も有するものが用いられる。この再結合領域及び発光領 域は、通常発光層に存在するため、本発明においては、 有機化合物層として発光層のみを用いてもよいが、必要 に応じ、発光層以外に、例えば正孔注入層,電子注入 層、有機半導体層、電子障壁層、付着改善層なども用い ることができる。

【0031】次に、本発明の有機EL素子の代表的な構成例を示す。もちろん、これに限定されるものではない。

①陽極/正孔注入層/発光層/陰極

②陽極/正孔注入層/発光層/電子注入層/陰極

③陽極/発光層/電子注入層/陰極

④陽極/有機半導体層/発光層/陰極

5陽極/有機半導体層/電子障壁層/発光層/陰極

⑥陽極/正孔注入層/発光層/付着改善層/陰極

これらの中で、通常②の構成が好ましく用いられる。

【0032】本発明の素子における再結合領域及び発光 領域は、前記したように通常発光層に存在する。したが\* \*って、蛍光性ドーパントは、通常発光層に含有される。 しかし、場合によっては、他の層、例えば正孔注入層, 電子注入層,有機半導体層,電子障壁層,付着改善層な ども、再結合や発光に関与することがある。この場合、 これらの層にも含有させるのが好ましい。

18

【0033】本発明の有機EL素子は、上記有機化合物層が一対の電極、すなわち陽極と陰極とによって挟持された構造を有しており、該陽極としては、仕事関数の大きい(4 e V以上)金属,合金,電気伝導性化合物及びこれらの混合物を電極物質とするものが好ましく用いられる。このような電極物質の具体例としては、Au などの金属,CuI, ITO,  $SnO_2$ , ZnO などの誘電性透明材料が挙げられる。該陽極は、これらの電極物質を蒸着やスパッタリングなどの方法により、薄膜を形成させることにより作製することができる。この電極より発光を取り出す場合には、透過率を10%より大きくすることが望ましく、また、電極としてのシート抵抗は数百 $\Omega$ / $\square$ 以下が好ましい。さらに膜厚は材料にもよるが、通常 $10nm\sim1\mu$ m,特に $10\sim200nm$ の範囲が好ましい。

【0034】一方、陰極としては、仕事関数の小さい(4eV以下)金属,合金,電気伝導性化合物及びこれらの混合物を電極物質とするものが用いられる。このような電極物質の具体例としては、ナトリウム,ナトリウムーカリウム合金,マグネシウム,リチウム,マグネシウム・銀合金,A1/A1O2 ,インジウム,希土類金属などが挙げられる。該陰極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリングなどの方法により、薄膜を形成させることにより、作製することができる。また、電極としてのシート抵抗は数百Ω/□以下が好ましく、膜厚は通常10nm~1μm,特に50~200nmの範囲が好ましい。なお、本発明の素子においては、特に規定しないが、該陽極又は陰極のいずれか一方が透明若しくは半透明であることが発光を透過し、取り出す効率がよいので

【0035】本発明の素子における発光層においては、 発光材料(ホスト材料)として、一般式(III)

[0036]

(化15) Y<sup>8</sup> H = C · · · (III)

【0037】で表されるジスチリルアリーレン系化合物が好ましく用いられる。この化合物は、特開平2-247278号公報に開示されている。

【0038】上記一般式 (III)において、 $Y^1 \sim Y^4$  は 6のアルコキシ基を示す。ここで、置換基は炭素数  $1 \sim 6$ のアルキル基,炭素数 6のアルキル基,炭素数  $1 \sim 6$ のアルコキシ基,炭素数  $1 \sim 6$ のアルコキシ基,炭素数  $1 \sim 6$ のアルコキシ基,炭素数  $1 \sim 6$ 0アルコキシ基,炭素数  $1 \sim 6$ 0アルコキシ基

※置換あるいは無置換の炭素数6~18のアリール基、置換あるいは無置換のシクロヘキシル基、置換あるいは無置換の炭素数6~18のアリールオキシ基、炭素数1~6のアルコキシ基を示す。ここで、置換基は炭素数1~6のアルキル基、炭素数1~6のアルコキシ基、炭素数1~6のアルコキシ基、炭素数0~2~8のアラルキル基、炭素数6~18のアリールオキ

シ基、炭素数1~6のアシル基、炭素数1~6のアシル オキシ基, カルボキシル基, スチリル基, 炭素数6~2 0のアリールカルボニル基、炭素数6~20のアリール オキシカルボニル基、炭素数1~6のアルコキシカルボ ニル基、ビニル基、アニリノカルボニル基、カルバモイ ル基、フェニル基、ニトロ基、水酸基あるいはハロゲン を示す。これらの置換基は単一でも複数でもよい。ま た、Y1 ~Y4 は同一でも、また互いに異なっていても よく、Y1 とY2 及びY3 とY4 は互いに置換している 基と結合して、置換あるいは無置換の飽和五員環又は置 10 【0039】 換あるいは無置換の飽和六員環を形成してもよい。Ar\*

\*9 は置換あるいは無置換の炭素数6~20のアリーレン 基を表し、単一置換されていても、複数置換されていて もよく、また結合部位は、オルト, パラ, メタいずれで もよい。但し、Ar9 が無置換フェニレン基の場合、Y 1~Y4 はそれぞれ炭素数1~6のアルコキシ基、炭素 数7~8のアラルキル基、置換あるいは無置換のナフチ ル基、ビフェニル基、シクロヘキシル基、アリールオキ シ基より選ばれたものである。このようなジスチリルア リーレン系化合物としては、例えば、

20

【化16】

$$C = CH - CH = C$$

$$t - B u$$

$$C = C H$$

$$C + B u$$

(t-Bu:t-プチル基)

[0040]

※ ※【化17】

$$\begin{array}{c}
21 \\
C \\
H
\end{array} = C \\
C \\
H \\
C \\
H
\end{array}$$

$$i - Pr$$

$$C = C H$$

$$C H s$$

$$C H T$$

$$C H T$$

$$C H T$$

( i-Pr :イソプロピル基)

$$C = C H \xrightarrow{C H s} C H = C \xrightarrow{C H s}$$

$$C = C H - C + C H$$

$$H \circ C \longrightarrow C = C H \longrightarrow C H = C \longrightarrow C H \circ C H \circ$$

$$C = C H \longrightarrow C H = C H$$

H 
$$_{s}$$
 C  $_{r}$  C  $_{r}$ 

[0041]

\*40\*【化18】

$$C = CH - CH = C - OH$$

[0042]

\* \*【化19】

25
$$H_3C \longrightarrow C = CH \longrightarrow CH_3$$

$$CH_3C \longrightarrow CH_3$$

$$CH_3C \longrightarrow CH_3$$

$$C = CH - C - CH = C$$

【0043】などが挙げられる。

【0044】また、別の好ましい発光材料(ホスト材料)として、8-ヒドロキシキノリン、又はその誘導体の金属錯体を挙げることができる。具体的には、オキシン(一般に8-キノリノールまたは8-ヒドロキシキノリン)のキレートを含む金属キレートオキシノイド化合\*40

\*物である。このような化合物は高水準の性能を示し、容易に薄膜形態に成形される。このオキシノイド化合物の例は下記構造式を満たすものである。

【0045】 【化20】

【0046】(式中、Mtは金属を表し、nは1~3の整数であり、Zはそのそれぞれの位置が独立であって、少なくとも2以上の縮合芳香族環を完成させるために必要な原子を示す。)

※ここで、M tで表される金属は、一価, 二価又は三価の金属とすることができるものであり、例えばリチウム, サトリウム, カリウムなどのアルカリ金属、マグネシウ※50 ムやカルシウムなどのアルカリ土類金属、あるいはホウ

素又はアルミニウムなどの土類金属である。一般に有用 なキレート化合物であると知られている一価、二価又は 三価の金属はいずれも使用することができる。

【0047】また、Zは、少なくとも2以上の縮合芳香 族環の一方がアゾール又はアジンからなる複素環を形成 させる原子を示す。ここで、もし必要であれば、上記縮 合芳香族環に他の異なる環を付加することが可能であ る。また、機能上の改善がないまま嵩ばった分子を付加 することを回避するため、Zで示される原子の数は18 以下に維持することが好ましい。さらに、具体的にキレ ート化オキシノイド化合物を例示すると、トリス(8-キノリノール) アルミニウム、ビス(8-キノリノー ル) マグネシウム, ビス (ベンゾー8-キノリノール) 亜鉛、ビス(2-メチル-8-キノリラート)アルミニ ウムオキシド, トリス (8-キノリノール) インジウ ム,トリス(5-メチル-8-キノリノール)アルミニ ウム,8-キノリノールリチウム,トリス(5-クロロ -8-キノリノール) ガリウム、ビス(5-クロロ-8 ーキノリノール)カルシウム、5、7ージクロルー8ー キノリノールアルミニウム、トリス(5,7-ジブロモ 20 -8-ヒドロキシキノリノール)アルミニウムなどがあ

【0048】さらに、特開平5-198378号公報に 記載されているフェノラート置換8-ヒドロキシキノリ ンの金属錯体は、青色発光材料として、好ましいもので る。このフェノラート置換8-ヒドロキシキノリンの金 **属錯体の具体例としては、ビス(2-メチル-8-キノ** リノラート) (フェノラート) アルミニウム (III), ビ ス(2-メチル-8-キノリノラート)(0-クレゾラ ート) アルミニウム (III), ピス (2-メチル-8-キ 30 ノリノラート) (m-クレゾラート) アルミニウム (II ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(p-ク レゾラート) アルミニウム (III), ビス (2-メチルー 8-キノリノラート) (o-フェニルフェノラート) ア ルミニウム (III), ビス (2-メチル-8-キノリノラ ート) (m-フェニルフェノラート) アルミニウム (II I), ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(p-フ ェニルフェノラート) アルミニウム (III), ピス (2-メチル-8-キノリノラート)(2,3-ジメチルフェ ノラート) アルミニウム (III), ビス (2-メチル-8 -キノリノラート)(2,6-ジメチルフェノラート) アルミニウム (III), ビス (2-メチル-8-キノリノ ラート)(3,4-ジメチルフェノラート)アルミニウ ム(III), ピス(2-メチル-8-キノリノラート) (3,5-ジメチルフェノラート) アルミニウム (II I), ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(3,5 ージーtーブチルフェノラート) アルミニウム (III), ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,6-ジ フェニルフェノラート) アルミニウム (III), ビス (2

28

ェニルフェノラート)アルミニウム (III)などが挙げら れる。これらの発光材料は一種用いてもよく、二種以上 を組み合わせて用いてもよい。

【0049】本発明の素子における発光層の形成方法と しては、例えば蒸着法、スピンコート法、キャスト法、 LB法などの公知の方法により薄膜化することにより形 成することができるが、特に分子堆積膜であることが好 ましい。ここで、分子堆積膜とは、該化合物の気相状態 から沈着され形成された薄膜や、該化合物の溶融状態又 は液相状態から固体化され形成された膜のことである。 通常、この分子堆積膜はLB法により形成された薄膜 (分子累積膜)と凝集構造,高次構造の相違や、それに 起因する機能的な相違により区別することができる。ま た、この発光層は樹脂などの結着材と共に溶剤に溶かし て溶液とした後、これをスピンコート法などにより薄膜 化して形成することができる。このようにして形成され た発光層の膜厚については特に制限はなく、適宜状況に 応じて選ぶことができるが、好ましくは $1 nm \sim 10 \mu$ m、特に好ましくは5nm~5μmの範囲がよい。

【0050】次に、正孔注入層は、必ずしも本発明の素 子に必要なものではないが、発光性能の向上のために用 いた方が好ましいものである。この正孔注入層は、発光 層への正孔注入を助ける層であって、正孔移動度が大き く、イオン化エネルギーが、通常5.5 e V以下と小さ い。このような正孔注入層としては、より低い電界で正 孔を発光層に輸送する材料が好ましく、さらに正孔の移 動度が、例えば104~106 V/cmの電界印加時 に、少なくとも $10^{-6}$  c m<sup>2</sup> /V · 秒であればなお好ま しい。このような正孔注入材料については、前記の好ま しい性質を有するものであれば特に制限はなく、従来、 光導伝材料において、正孔の電荷輸送材として慣用され ているものやEL素子の正孔注入層に使用される公知の ものの中から任意のものを選択して用いることができ る。

【0051】該正孔注入材料としては、例えばトリアゾ ール誘導体(米国特許第3,112,197号明細書等参照), オキサジアゾール誘導体 (米国特許第3,189,447 号明細 書等参照),イミダゾール誘導体(特公昭37-160 96号公報等参照),ポリアリールアルカン誘導体(米 国特許第3,615,402 号明細書, 同3,820,989 号明細書, 同3,542,544 号明細書,特公昭45-555号公報,同 51-10983号公報,特開昭51-93224号公 報,同55-17105号公報,同56-4148号公 報,同55-108667号公報,同55-15695 3号公報, 同56-36656号公報等参照), ピラゾリ ン誘導体およびピラゾロン誘導体(米国特許第3,180,72 9 号明細書, 同4,278,746 号明細書, 特開昭55-88 064号公報,同55-88065号公報,同49-1 05537号公報,同55-51086号公報,同56 ーメチルー8ーキノリノラート)(2,4,6ートリフ 50 -80051号公報,同56-88141号公報,同5

7-45545号公報,同54-112637号公報, 同55-74546号公報等参照),フェニレンジアミ ン誘導体(米国特許第3,615,404 号明細書,特公昭51 -10105号公報, 同46-3712号公報, 同47 -25336号公報,特開昭54-53435号公報, 同54-110536号公報, 同54-119925号 公報等参照),アリールアミン誘導体(米国特許第3,56 7,450 号明細書, 同3,180,703 号明細書, 同3,240,597 号明細書, 同3,658,520 号明細書, 同4,232,103 号明細 書,同4,175,961 号明細書,同4,012,376 号明細書,特 10 公昭49-35702号公報, 同39-27577号公 報,特開昭55-144250号公報,同56-119 132号公報,同56-22437号公報,西独特許第 1,110,518 号明細書等参照),アミノ置換カルコン誘導 体 (米国特許第3,526,501 号明細書等参照), オキサゾ ール誘導体(米国特許第3,257,203 号明細書などに記載 のもの),スチリルアントラセン誘導体(特開昭56-46234号公報等参照),フルオレノン誘導体(特開 昭54-110837号公報等参照), ヒドラゾン誘導 体(米国特許第3,717,462 号明細書,特開昭54-59 143号公報,同55-52063号公報,同55-5 2064号公報, 同55-46760号公報, 同55-85495号公報, 同57-11350号公報, 同57 -148749号公報等参照), スチルベン誘導体(特 開昭61-210363号公報, 同61-228451 号公報,同61-14642号公報,同61-7225 5号公報,同62-47646号公報,同62-366 74号公報, 同62-10652号公報, 同62-30 255号公報, 同60-93445号公報, 同60-9 4462号公報,同60-174749号公報,同60 -175052号公報等参照)などを挙げることができ る。さらに、シラザン誘導体(米国特許第4,950,950号 明細書),ポリシラン系(特開平2-204996号公 報),アニリン系共重合体(特開平2-282263号 公報),導電性高分子オリゴマー(特開平1-2113 99号公報),特に含チオフェンオリゴマーなどが挙げ られる。

【0052】本発明においては、これらの化合物を正孔注入材料として使用することができるが、次に示すポリフィリン化合物(特開昭63-2956965号公報な 40 どに記載のもの)、芳香族第三級アミン化合物およびスチリルアミン化合物(米国特許第4,127,412号明細書、特開昭53-27033号公報、同54-58445号公報、同54-149634号公報、同54-64299号公報、同55-79450号公報、同55-144250号公報、同56-119132号公報、同61-295558号公報、同61-98353号公報、同63-295695号公報等参照)、特に該芳香族第三級アミン化合物を用いることが好ましい。

【0053】該ポリフィリン化合物の代表例としては、

30

ボルフィン、1、10、15、20ーテトラフェニルー21H、23Hーポルフィン銅(II);1、10、15、20ーテトラフェニル21H、23Hーポルフィン亜鉛(II);5、10、15、20ーテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ー21H、23Hーポルフィン;シリコンフタロシアニンオキシド;アルミニウムフタロシアニンクロリド;フタロシアニン(無金属);ジリチウムフタロシアニン;銅テトラメチルフタロシアニン;銅フタロシアニン;クロムフタロシアニン;亜鉛フタロシアニン;針タニウムフタロシアニン;針クコシアニン;オヤシド;マグネシウムフタロシアニン;銅オクタメチルフタロシアニンなどが挙げられる。【0054】また該芳香族第三級アミン化合物及びスチ

【0054】また該芳香族第三級アミン化合物及びスチ リルアミン化合物の代表例としては、N,N,N', N'ーテトラフェニルー4,4'ージアミノフェニル, N, N' -ジフェニル-N, N' -ジ(3-メチルフェ ニル) -4, 4' -ジアミノビフェニル, 2, 2-ビス  $(4-\tilde{y}-p-h)ur \leq J_{z} = u$ ) rur1ービス(4ージーpートリルアミノフェニル)シクロ ヘキサン, N, N, N', N'-テトラ-p-トリルー 4,4'-ジアミノビフェニル,1,1-ビス(4-ジ -p-トリルアミノフェニル) -4-フェニルシクロへ キサン, ビス (4-ジメチルアミノ-2-メチルフェニ ル) フェニルメタン、ビス(4-ジーp-トリルアミノ フェニル)フェニルメタン, N, N'ージフェニルー  $N, N' - \vec{y} (4 - \vec{y} + \vec{y}) - 4, 4' - \vec{y}$ アミノビフェニル, N, N, N', N'-テトラフェニ ルー4,4'ージアミノジフェニルエーテル、4,4' ービス (ジフェニルアミノ) クオードリフェニル, N, N, N-トリ (P-トリル) アミン, 4-(ジーp-ト リルアミノ)-4'-〔4(ジーp-トリルアミノ)ス チリル] スチルベン、4-N、N-ジフェニルアミノー (2-ジフェニルビニル)ベンゼン、3-メトキシー 4'-N, N-ジフェニルアミノスチルベンゼン, N-フェニルカルバゾール、芳香族ジメチリディン系化合物

などが挙げられる。
【0055】本発明のEL素子における該正孔注入層は、上記化合物を、例えば真空蒸着法、スピンコート法、LB法などの公知の薄膜法により製膜して形成する 2とができる。この正孔注入層の膜厚は、特に制限はないが、通常は5nm~5μmである。この正孔注入層は、上記正孔注入材料一種又は二種以上からなる一層で構成されていてもよいし、あるいは、前記正孔注入層とは別種の化合物からなる正孔注入層を積層したものであってもよい。また、有機半導体層は、発光層への正孔注入又は電子注入を助ける層であって、10-10 S/cm以上の導電率を有するものが好適である。このような有機半導体層の材料としては、含チオフェンオリゴマーや含アリールアミンオリゴマーなどの導電性オリゴマー、50 含アリールアミンデンドリマーなどの導電性デンドリマ

\*【化21】

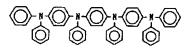
3 1

ーなどを用いることができる。具体的には、

[0056]

(i) [][][]

(5)



[0057]

※20※【化22】

33(8)

(9) SISISINGECH SISIS

(10) (H) (SI SI SI (H)

(11)

(12) SHC=CHSHC=CHSHC-CHS

(15) CH; CH; CH; (MTDATA)

【0058】などが挙げられる。さらに、電子障壁層は、電子を発光層内に閉じ込める役割をもつ層であっ

は、電子を発光層内に閉じ込める役割をもつ層であって、発光層と陽極との間に設けられ、正孔輸送性に優れることが望ましい。このような電子障壁層の材料として\*

\*は、例えば 【0059】 【化23】

(3)

(6) 
$$t-Bu \longrightarrow N-N$$
 (t-Bu PBD) 
$$**[\{124\}]$$

37 (7)

(9) (9)

(10)

t-Bu t-Bu

t-Bu

t-Bu

【0061】 \* \*【化25】

【0062】などを挙げることができる。

【0063】一方、電子注入層は、発光層への電子の注 入を助ける層であって、電子移動度が大きく、また付着 改善層は、この電子注入層の中で、特に陰極との付着が 良い材料からなる層である。電子注入層に用いられる材 料としては、例えば8-ヒドロキシキノリン又はその誘 導体の金属錯体、あるいはオキサジアゾール誘導体が好 ましく挙げられる。また、付着改善層に用いられる材料 としては、特に8-ヒドロキシキノリン又はその誘導体\*

\*の金属錯体が好適である。上記8-ヒドロキシキノリン 又はその誘導体の金属錯体の具体例としては、オキシン (一般に8-キノリノール又は8-ヒドロキシキノリ ン)のキレートを含む金属キレートオキシノイド化合物 が挙げられる。

【0064】一方、オキサジアゾール誘導体としては、 一般式(IV)及び(V)

[0065]

【化26】

$$A r^{12} \stackrel{N}{=} \stackrel{N}{=} \stackrel{N}{=} A r^{14} \stackrel{N}{=} \stackrel{N}{=} \stackrel{N}{=} A r^{12} \qquad (V)$$

【0066】(式中Ar<sup>10</sup>~Ar<sup>13</sup>はそれぞれ置換又は ・ 無置換のアリール基を示し、Ar<sup>10</sup>とAr<sup>11</sup>及びAr<sup>12</sup> とAr13はそれぞれにおいてたがいに同一であっても異 なっていてもよく、Ar14は置換又は無置換のアリーレ ン基を示す。)で表される電子伝達化合物が挙げられ ※50 レニレン基, ピレニレン基などが挙げられる。また、置

※る。ここで、アリール基としてはフェニル基、ビフェニ ル基、アントラニル基、ペリレニル基、ピレニル基など が挙げられ、アリーレン基としてはフェニレン基、ナフ チレン基, ビフェニレン基, アントラセニレン基, ペリ

41

\*記電子伝達化合物の具体例としては、 換基としては炭素数1~10のアルキル基、炭素数1~ 10のアルコキシ基又はシアノ基などが挙げられる。こ [0067] の電子伝達化合物は、薄膜形成性のものが好ましい。上\* 【化27】

【0068】などが挙げられる。 [0069]

【実施例】次に、本発明を実施例によりさらに詳しく説 明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定され るものではない。

【0070】製造例1 K-1の製造

300ミリリットルの三つ口フラスコに、N, N'ージ フェニルー4,4'-ベンジジン(東京化成社製)2 g;1-ヨードアントラセン(ナード研究所社製)5 ルスルホキシド(DMSO)200ミリリットルに溶解 し、200℃で8時間加熱し、攪拌した。反応終了後、 無機物をろ別し、溶媒を減圧下で留去したのち、残渣を シリカゲル (広島和光社製) を充填したカラムでトルエ ンを展開溶媒として精製したところ、黄色粉末1.8gを 得た。このものは、NMR及びFD-MS(フィールド ディフュージョンマススペクトル)の測定より、N,  $N' - \mathcal{Y} - (\mathcal{Y} - \mathcal{Y} - \mathcal{Y} - \mathcal{Y} - \mathcal{Y}) - N, N' - \mathcal{Y}$ フェニルー4,4'ーベンジジン(K-1)と同定し た。

### 【0071】製造例2 K-2の製造

製造例1において、1-ヨードアントラセンの代わりに 1-ヨードピレン (ナード研究所社製) を用いた以外 は、製造例1と同様に反応し、精製したところ、黄色粉 末1.5gを得た。このものは、NMR及びFD-MSの 測定より、 $N, N' - \mathcal{Y} - ( ピレン - 1 - \mathcal{I} - \mathcal{I} \mathcal{N} ) - N$  $N' - \vec{y} = \vec{$ 同定した。

【0072】製造例3 K-3の製造

※代わりに1.6-ジアミノピレン(東京化成社製)を用 い、かつ1-ヨードアントラセンの代わりにヨードベン ゼン (東京化成社製) 20gを用いた以外は、製造例1 と同様に反応し、精製したところ、黄色粉末1.4gを得 た。このものは、NMR及びFD-MSの測定より、 N, N, N', N'-テトラフェニル-1, 6-ジアミ ノピレン (K-3)と同定した。

#### 【0073】製造例4 K-4の製造

製造例1において、N, N'ージフェニルベンジジンの g,無水炭酸カリウム10g及び銅1gを入れ、ジメチ 30 代わりにN,N'ージフェニルー1,3-フェニレンジ アミン (ナード研究所社製)を用い、かつ1-ヨードア ントラセンの代わりに1-ヨードピレン (ナード研究所 社製)を用いた以外は、製造例1と同様に反応し、精製 したところ、黄色粉末1.5gを得た。このものは、NM R及びFD-MSの測定より、N,N'ージー(ピレン  $-1-4\mu$ ) -N, N' -ジフェニル-1, 3-フェニレンジアミン(K-4)と同定した。

#### 【0074】製造例5 K-5の製造

製造例1において、N, N'ージフェニルベンジジンの 40 代わりに1-アミノピレンを用い、かつ1-ヨードアン トラセンの代わりにヨードベンゼン10gを用いた以外 は、製造例1と同様に反応し、精製したところ、黄色粉 末1.9gを得た。このものは、NMRとFD-MSの測 定より、N, N'ージフェニルー1-アミノピレン(K -5)と同定した。

#### 【0075】製造例6 K-6の製造

300ミリリットルの三つ口フラスコに、1-アミノア ントラセン (アルドリッチ社製) 2g; 2, 5-ビスー (4-ヨードフェニル-1-イル) -チオフェン (ナー 製造例1において、N,N'ージフェニルベンジジンの※50 ド研究所社製)2g,無水炭酸カリウム10g及び銅1

3/18/06, EAST Version: 2.0.3.0

gを入れ、DMSO200ミリリットルに溶解し、200℃で8時間加熱攪拌した。反応終了後、無機物をろ別し、減圧下で溶媒を留去したのち、残渣を、シリカゲル(広島和光社製)を充填したカラムでトルエンを展開溶媒として精製し、黄色粉末1.7gを得た。次に、300ミリリットルの三つロフラスコに、この黄色粉末1.5g、ヨードベンゼン10g、無水炭酸カリウム10g及び銅1gを入れ、DMSOに溶解し、200℃で8時間加熱攪拌した。反応終了後、無機物をろ別し、減圧下で溶媒を留去したのち、残渣を、シリカゲル(広島和光社製)を充填したカラムでトルエンを展開溶媒として精製し、黄色粉末0.68gを得た。このものは、NMR及びFD-MSの測定より、2、5ービス-(4-[N-(アントラセン-1-イル)-N-フェニル〕アミノフェニル)チオフェン(K-6)と同定した。

#### 【0076】実施例1~6及び比較例1

25mm×75mm×1.1mmのガラス基板上に、IT 〇を蒸着法にて100nmの厚さで製膜したもの(ジオ マティック社製)を透明支持基板とした。なお、この基 板は、イソプロピルアルコール中で5分間超音波洗浄 後、窒素を吹きつけて乾燥し、UVオゾン洗浄(UV3 00, サムコインターナショナル社製)を30分間行っ たものである。この透明支持基板を市販の蒸着装置(日 本真空技術(株)製)の基板ホルダーに固定し、モリブ デン製抵抗加熱ボートにMTDATA200mgを入 れ、他のモリブデン製抵抗加熱ボートにDPVBi20 Omgを入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ボートに正孔 輸送材であるNPD200mgを入れ、さらに他のモリ ブデン製抵抗加熱ボートに第1表に示す種類の蛍光性ド ーパント〔化合物(A)〕200mgを入れ、真空槽を 1×10<sup>-4</sup> Paまで減圧した。その後MTDATAの入 った前記ボートを215~220℃まで加熱し、蒸着速 度0.1~0.3 nm/秒で透明支持基板上に蒸着して、膜 厚60mmの正孔注入層を製膜させた。次に、真空槽よ り基板を取り出すことなく、NPDの入ったボートを加 熱し、膜厚20nmの正孔輸送層を正孔注入層の上に製 膜した。このとき、基板の温度は室温であった。これを 真空槽より取り出すことなく、NPD層上にDPVBi をホスト材料として40nm積層した。このとき同時に 化合物(A)のボートを加熱し、発光層に化合物(A) を混合した。このときの蒸着速度はDPVBiの蒸着速 度(第1表に示す(B))に対して、化合物(A)の蒸 着速度を(C)(第1表に示す)とした。したがって、

44

混合比〔ホスト材料に対する化合物(A)の割合〕は (D) (第1表に示す)となった。その後、真空槽を大 気圧に戻し、新たにモリブデン製抵抗加熱ボートに電子 注入層の材料である8-ヒドロキシキノリン・アルミニ ウム錯体を入れ、さらにモリブデン製抵抗加熱ボートに マグネシウムリボン1gを入れ、タングステン製バスケ ットに銀ワイヤーを500mg入れて、真空槽を1×1 0-4 Paまで減圧した。次いで、蒸着速度0.01~0.0 3 nm/秒で8-ヒドロキシキノリン・アルミニウム錯 体を蒸着し電子注入層を20nm形成した。さらに、銀 を蒸着速度0.1 nm/秒, マグネシウムを蒸着速度1.4 nm/秒で同時蒸着して銀:マグネシウム混合電極を陰 極とした。膜厚は150nmであった。得られた素子 に、電圧8Vを印加し、電流量,素子の輝度を測定して 発光効率を算出した。得られた結果を第2表に示す。な お、MTDATA, DPVBi及びNPDの構造は次の とおりである。

[0077] [化28] MIDATA

20

DPVBi

NPD

【0078】 【表1】

第1表

46

	蛍光性ドーパント	(B)	(C)	(D)
	〔化合物(A)〕	(nm/秒)	(nm/秒)	混合比 (重量%)
実施例1	K – 1	2.5 ~3.0	0. 12	約4.0
実施例 2	K – 2	3.0 ~5.0	0. 09	1.8 ~2.9
実施例3	к – з	3.0 ~4.0	0. 07	1.5 ~1.9
実施例 4	K – 4	2.5 ~3.0	0.05~0.07	1.6 ~2.7
実施例 5	K – 5	2.5 ~3.0	0.05~0.07	1.6 ~2.7
実施例 6	K – 6	2.5 ~3.2	0.1 ~0.12	約3.2
比較例1	ペリレン	3.0 ~4.0	0.05	1.2 ~1.6

[0079]

\* \*【表2】

第 2 表

	電流量 (mA/cm²)	輝 度 (cd/n²)	発光効率 (1m/W)	発 光 色
実施例 l	3. 3	101	1. 2	青色
実施例2	2. 58	160	2. 4	緑味青色
実施例3	4.0	130	1. 3	青色
実施例 4	9. 0	139	0. 58	青色
実施例 5	4.5	120	1.0	骨色
実施例 6	7	120	0. 67	骨緑色
比較例1	6. 7	90	0. 53	叔味青色

【0080】以上の結果、本発明の素子は、蛍光性ドーパントとしてペリレン(特開平5-198378号公報記載の蛍光性ドーパント)を用いた比較例1のものに比30べて、発光効率が優れていることが分かる。次に各素子を初期輝度300cd/m²にて乾燥窒素雰囲気下で駆動し、半減寿命(初期輝度が半分になる時間)を求めた。結果を第3表に示す。尚、初期輝度100cd/m²で試験した結果は、第3表の約3.5倍程度の寿命が得られている。従って、本発明の素子は初期輝度100cd/m²の条件では2500時間~1100時間の寿命が得られるものである。

[0081]

【表3】

# 40

第3表

	半減 寿命 (時間)		
	初期輝度 300 cd/m²	初期輝度 100 cd/m²	
実施例 1	3 4 0	1200	
実施例 2	700	2500	
実施例3	650	2300	
実施例 4	3 2 0	1 1 0 0	
実施例 5	480	1700	
実施例 6	650	2 3 0 0	
比較例1	150	5 0 0	

【0082】第3表から分かるように、本発明の素子は、比較例1のものに比べて寿命が大幅に改善されている。

【0083】比較例2

蛍光性ドーパント〔化合物(A)〕として、PAVTP (国際特許公開94-6157号記載の蛍光性ドーパント)を用いた以外は、実施例1と同様にして素子を作製 50 し、初期輝度300cd/m²で半減寿命を求めたとこ

PAVTP

[0085]

【発明の効果】本発明の有機EL素子は、正孔と電子と が再結合する再結合領域又は該再結合に応答して発光す る発光領域の少なくともいずれかに、特定の構造の蛍光※

10※性ドーパントを含有させたものであって、長時間駆動しても発光色の変化が少ないなど、長寿命を有し、かつ発 光効率が高く、例えば情報産業機器のディスプレイなど に好適に用いられる。

3/18/06, EAST Version: 2.0.3.0